

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 55-134102

(43)Date of publication of application : 18.10.1980

(51)Int.Cl.	B22F 1/02
	C22C 1/05
	C22C 9/00
	F16C 33/16

(21)Application number : 54-040013

(71)Applicant : DOWA MINING CO LTD

(22)Date of filing : 03.04.1979

(72)Inventor : KATO TADAAKI
IKEGAMI TAKATOSHI
MATSUO TSUKIMI
KUSANO MITSURU

(54) CU-BASE SINTERED BEARING OF HIGH GRAPHITE CONTENT AND PRODUCTION THEREOF**(57)Abstract:**

PURPOSE: To improve the friction performance of Cu-base sintered bearing by pressure-molding the compounded powder which uses copper-coated graphite powder as its main material, to the specified density, sintering the same in a reducing gas atmosphere and sizing the same.

CONSTITUTION: The copper coated graphite powder of graphite contents 10W80 wt% having been applied with copper plating on the surfaces of graphite powder of 60W350 mesh is used as the main material, to which one or more kinds of required amounts of copper powder, tin powder, lead powder, MoS₂ powder, zinc stearate powder or alloy powder belonging to these and solid lubricants are compounded. This mixture is cold-pressure-molded in such a manner that the relative density of the sintered body becomes 50% or more and the molding is sintered at 750W790° C in a reducing gas atmosphere, thence it is sized, whereby the Cu-base sintered bearing of graphite contents 10W50% is obtained. This bearing is superior in friction performances, such as load resistance, heat resistance and lubricity. In addition, volume production is feasible.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55-134102

⑬ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和55年(1980)10月18日

B 22 F 1/02

6735-4K

C 22 C 1/05

6735-4K

9/00

C B L

6411-4K

F 16 C 33/16

8012-3J

発明の数 2

審査請求 未請求

(全 6 頁)

⑮ 黒鉛高含有量のCu系統焼結軸受およびその製造法

⑯ 発明者 松尾月見

岡山市南輝2-18-25

⑰ 発明者 草野満

岡山市米田571

⑱ 特 願 昭54-40013

⑲ 出 願 昭54(1979)4月3日

⑳ 出 願 人 同和鉱業株式会社

㉑ 発明者 加藤忠昭

岡山市築港緑町1-12-8

東京都千代田区丸の内一丁目8番2号

㉒ 発明者 池上隆敏

岡山市南輝2-15-5

㉓ 代理人 弁理士 和田憲治

明 細 書

1. 発明の名称

黒鉛高含有量のCu系統焼結軸受およびその製造法

2. 特許請求の範囲

(1) 黒鉛粒子表面に銅メッキを施してなる銅被膜黒鉛粉を焼結素材として使用した黒鉛含有量10～50重量%のCu系統焼結軸受。

(2) Cu量に対して8～12重量%の錳粉を該銅被膜黒鉛粉に配合して焼結した特許請求の範囲第1項記載のCu系統焼結軸受。

(3) 銅被膜黒鉛粉は黒鉛含有量が10～80重量%である特許請求の範囲第1項または第2項記載のCu系統焼結軸受。

(4) 黒鉛含有量が50重量%を超える銅被膜黒鉛粉を使用し、焼結品の黒鉛含有量が10～50重量%になるに必要なCu量をCu粉の配合によつて補う特許請求の範囲第1項または第2項記載のCu系統焼結軸受。

(5) 60メッシュ以下350メッシュ以上の黒鉛粉

の表面に銅メッキを施してなる銅被膜黒鉛粉を主原料として、これに、銅粉、錳粉、鉛粉、 MoS_2 粉、ステアリン酸亜鉛粉またはこれらに類する合金材または固体潤滑剤の1種または2種以上を所定量配合し、焼結体の相対密度が50%以上となるように成形し、この成形体を還元ガス雰囲気中で750～790℃で焼結してサイジングを行なうことからなる黒鉛含有量10～50重量%のCu系統焼結軸受の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、多孔質のCuまたはCu合金のマトリクス中に10～50%の黒鉛(或いはこの黒鉛と共に MoS_2 、Pb等の固体潤滑剤)を均質に配したCu系統焼結軸受に関し、耐摩耗性、耐熱性及び潤滑性等の摩損性能を飛躍的に向上させた主として乾式用に供する新規な黒鉛高含有量のCu系統焼結軸受を提供するものである。

従来、金属粉末主材の焼結軸受は、圧粉加圧による粉末相互の凝着性を利用して成形をなし、還元雰囲気中で焼結をなすことを製造の基本工程と

するために、圧粉体形成を阻害する固体潤滑剤の添加は大巾に制限され、特にこれ等固体潤滑剤の中でも最も経済的且つ特性的にも汎用されるべき黒鉛粉末については、その品質と物性により強度の差こそあれ、如何なる製造方法を用いてもその含有量は5重量%程度が限界とされていた。したがって、少なく共10%以上の含有量が必要とされるような高黒鉛含量の乾式軸受は全く製造が困難であり、むしろ機械の強度面から黒鉛量を3%以下に制限した成形体となし、これに油脂類を塗布させた湿式用軸受としてのみ使用されているにすぎない。

焼結軸受に限らず、一般に、Cu、Fe、Al等の合金マトリクス中に多量の黒鉛を含有させれば、低速、高負荷時或いは高温条件下での摩擦性能が極めて向上することが知られており、これ等合金合金への黒鉛保持の方法が多年研究されてきた。特にCu系合金については、例えば、合金基中に黒鉛を埋込み、摺動面に自給する仕組みの黒鉛埋込軸受、或いはCu合金溶湯中黒鉛粉を分散さ

- 3 -

す液間圧入成形し、この成形体を還元ガス雰囲気中で750~770℃で焼結してサイジングを行なうこととからなる。

以下、発明の詳細を具体的に述べる。

本発明に供する原料粉は、Cu被膜黒鉛粉、或いはこのCu被膜黒鉛粉に電解Cu粉を混合した混合粉、を主材とする。

このCu被膜黒鉛粉を焼結素材として使用することにより、黒鉛粉末をCu粉に配合する場合に比して、黒鉛粒子表面にメツキしたCu層同志が成形時に強固な膜層を起すので、多量の黒鉛を均一に含有した成形体を得ることができる。すなわち、Cu粉に黒鉛粉、MoS₂粉等を単に添加混合すると、これ等固体潤滑剤は直ちにCu粉末の単一粒子毎の表面に膜状に被覆した状態を呈し、圧粉時のCu粉同志の膜層を完全に阻害し、圧粉体形成を不能とするが、黒鉛潤滑剤をCuメツキ層の中に密着させることになれば、金属Cuの膜層だけで強固な骨格が形成できるのである。

黒鉛粉表面にCuをメツキする方法は、例えば

- 3 -

特開昭55-134102(2)

せ九高圧鋼造材の軸受等が提案され、それぞれの特徴を生かした分野に利用されているが、何れの場合も、製造上において、切削、仕上げ或いは黒鉛埋込み加工等が必要なことと、形状的に相当の制約を受ける等の理由により、量産化と経済性に問題があり、このような処法を粉末冶金工法による小型軸受に適用することは全く期待できない。

本発明は、かかる実状にかんがみ、黒鉛を10~50重量%もの多量に含有させた新規なCu系焼結軸受を開発したもので、その焼結素材として黒鉛粒子表面に銅メツキを施した銅被膜黒鉛粉を使用することを特徴とするものである。この本発明による黒鉛含有量10~50重量%のCu系焼結軸受の製造法は、基本的には、

60メツシユ以下350メツシユ以上の黒鉛粉の表面に銅メツキを施してなる銅被膜黒鉛粉を主原料とし、これに、銅粉、鉛粉、鉛粉、MoS₂粉、ステアリン酸亜鉛粉またはこれらに類する合金材または固体潤滑剤の1種または2種以上を所量配合し、焼結体の相対密度が50%以上となるように

- 4 -

Cu塩溶液中に、黒鉛粉と、Cuを置換するのに足る当量の還元剤とを混入することにより、黒鉛粉表面において置換反応を起させ、目的組成のCuを黒鉛粉表面に析出メツキさせる等の経済的Cuメツキ法によつて得られる。

本発明に係る実施例では、Cu濃度を調整した硫酸銅溶液中に60~350メツシユの黒鉛粉を予め混合分散した状態で還元置換のためのZn材、Fe材を投入し、Cuが黒鉛粉表面に完全に析出メツキしたことを確認したあと、これを水洗、脱水乾燥し、NH₃分解ガス中600~700℃で精製することによりCu被膜黒鉛粉を得た。そのさい、例えばCu濃度を100g/lに一定とし、置換剤としてZnを用いた場合、Cu被膜黒鉛粉1kgを得るための組成条件は、黒鉛含有量10、30、50%のCu被膜黒鉛粉に対して、黒鉛量100、300、500g、Zn量926、720、514gで酸粉をつくり得る。Cu被膜黒鉛粉の物性は、おおよそ黒鉛粉に依存する。すなわち、形状的には人造黒鉛はおおむね球状、天然産黒鉛片状黒鉛では薄片状、偏平状

- 4 -

でメッキ層は何れも超微細な球状 Cu の集合した層状態を呈する。又、見掛密度は黒鉛含有量 10 ~ 50 % で、人造黒鉛 0.5 ~ 0.3 g/cc、天然黒鉛 1.0 ~ 0.7 g/cc で黒鉛含有量の多いもの程低く、空隙の多い人造黒鉛粉程軽量になる。

本メッキ法では粗い黒鉛粉程メッキが完全であり、微粉側はメッキ不充分的黒鉛粉が発生し易い。圧粉加压時の成形性及び焼結体の寸法安定性からみて、その粒度は 60 ~ 350 メッシュの範囲でできるだけ粗目側に偏折した粒度分布が望ましい。得られた Cu 被膜黒鉛粉単体を圧粉加压すると黒鉛含有量の差異により極めて特徴的な圧潰変形現象を示す。すなわち、黒鉛の種類にもよるが、黒鉛含有量が 30 % 未満では黒鉛が Cu メッキ層中に完全に封じ込められた状態を保持しながら、加圧力の増加と共に圧粉密度も向上し相対密度が 50 % 程度でも完全な成形をなし得る。だが、黒鉛含有量が 30 % を超えると、粒子中に極状に密封されている黒鉛が比較的低加圧力で変形流動し、Cu メッキ層を破かいしつつ粒子外に溢出し、Cu メ

- 7 -

特開昭55-134102(3)

ッキ被膜相互の凝着を阻害するようになり、成形体に亀裂や剝離等の欠陥が発生し、いくら加圧力を増しても満足すべき成形体を得ることは殆んど不可能となる。発明者らは、このような黒鉛の圧潰流動に起因する成形性の劣化を成形性の衰えた電解 Cu 粉を混合使用することにより、充分防止し得ることを確認した。

例えば、黒鉛含有量 30 % の圧粉成形体を得る場合は、黒鉛含有量 60 % の Cu 被膜黒鉛粉を使用する場合でも、これと共に成形性の優れた 100 ~ 250 メッシュの電解 Cu 粉を同量混加えることにより、黒鉛含有量 30 % の良好な圧粉成形体を得られる。この電解 Cu 粉の混加効果は、樹板状不定形状の粉末が、どちらかと言えば球状の Cu 被膜黒鉛粉にからみ合い、圧粉によつて黒鉛が圧潰流動し溢出することを抑止しながら、Cu メッキ層相互の凝着のみを促進させるようになると思われる。

発明者等は以上の理由から、冷間加压で相対密度 50 % 以上の満足すべき成形体の得られる Cu 被

- 8 -

膜黒鉛粉と電解 Cu 粉の望ましい基本的混合比率を決めた。その一例を表 1 に示す。

表 1

黒鉛含有量 (%)	Cu 被膜黒鉛粉			電解 Cu 粉混合量 (部)
	Cu (%)	黒鉛 (%)	混合量 (部)	
10	90	10	100	0
20	80	20	100	0
50	40	60	100	100
40	20	80	100	100
50	20	80	100	60

一般に Cu 系焼結軸受は、耐蝕性、焼結性の向上と含油気孔の形成のために Cu 量比 8 ~ 12 % の Sn 粉を添加した青銅マトリクスとし、さらに一層の耐蝕性と潤滑性を高める場合には MoS₂、Pb 等が添加される場合がある。本発明においても同様に Sn 粉、MoS₂、Pb 等の添加を行ない得る。この場合、黒鉛粉を殆んど同様な物性を示す MoS₂ 粉以外は金型及び粉末の潤滑剤として常時添加されているステアリン酸亜鉛等の中にそのまま混入

- 9 -

可能であり、これにより Cu メッキ相互の凝着に対する影響を殆んど無視出来る。だが、MoS₂ 粉については 5 % 未満程度ではそのまま混合すればよいが、2 ミクロン径以下の微粉状のものを 5 % 以上添加する場合には、黒鉛粉と同様に Cu メッキを行うか、或いは出来るだけ僅少の電解 Cu 粉と焼結させた上で母材粉末状とした後、主材粉に添加するのがよく、これにより、成形性の劣化をかなりさげ得る。

原料粉は出来るだけメッキ層を剝離しない程度に混合を行なった後、金型に充填するが、粉末自体の見掛密度が低くかつ流動性が悪いため、タッピング或いは振動装置を付帯させた金型を使用し、圧縮比を低減させると同時に充填密度を向上させることが望ましい。

圧粉成形は冷間もしくは熱間で行なう。冷間の場合は焼結後に再圧縮とサイジングを行なうことにより機械的強度と寸法精度を保持出来る。熱間においてはそのままでも相対密度 70 % 以上の緻密で強固な組織が得られ、精度的にも殆んど問題

- 10 -

はない。なお、冷間の場合は、黒鉛含有量が約30%を超える銅被膜黒鉛粉では圧延強さ、引張強さ等の機械的性質が極端に低下するため、30%以上のものについては熱間加工法によるのがよい。

焼結は H_2 、 NH_3 分解ガス等の還元雰囲気中で、750～850℃の高温側で行なう方がよい。

焼結後において冷間加工法による成形体は、Cu-Bn合金化による空隙の形成で全体的に膨張し、表面状態も粗くなっているため、Cu-Bn骨格を破かいしない様、圧粉加圧以下での再圧縮並びに寸法精度を得るためのサイジングも併せて行なう。熱間加圧法による成形体は密封状態での焼結のために、形状的、組織的欠陥は殆んどなく、寸法精度を得るための簡単なサイジング又は内面穴通しだけで充分である。

以上の方法によつて製造するにさいし、軸受の使用目的と用途に応じた荷重、速度、温度、軸材等の負荷条件、油中、水中、乾式等の環境条件並びに耐用寿命等により、材質と強度の選定がなさ

- 11 -

がおおよそ15～20%向上したP-V値であり、軸受温度が300℃でも軸受内面に酸化変質層が発生せず、定常摩擦係数も0.1～0.2と安定していた。これは、加圧、加熱状態で形成されたCu-Bn合金の骨格組織が、冷間成形体を開放状態で焼結したもの比べて相当強固なことに由来すると考えられる。

同一条件で実施した従来のCu系含油焼結軸受(1種)の試験結果が焼結密度6.5 g/cc(相対密度約75%)で定常摩擦係数0.1以下P-V値5000 Kg/cm²・m/min、焼付温度160℃となつたことから判断して、本発明に係る黒鉛含有量10～50重量%のCu被膜黒鉛粉、或いはこのCu被膜黒鉛粉と電解Cu粉の混合粉を主材としCu量比812%のSn粉を添加し必要に応じて MoS_2 、Pb等の固体潤滑剤も均質に配した本発明に係る軸受は、従来のCu系焼結軸受に比べて、耐負荷性、耐熱性或いは潤滑性等の摩擦性能面で飛躍的に優れていることが確認された。またその他の各種のCu合金軸受に比べて、量産化が可能な点において優

- 13 -

特開昭55-134102(4)

れ、冷間或いは熱間加圧の採用が決められる。発明者等は乾式軸受性能についてのおおよそその適用条件を求めるため、10mmφ×16mmφ×10mmの軸受を造り、P-V値(軸受の周速を一定にして軸受内径投影面積にかかる荷重の試験)、摩擦温度、摩擦係数の関係調べ、次の様な結果を得た。すなわち、本発明にしたがつて冷間成形、焼結をなした黒鉛含有量10%焼結密度5.6 g/cc(相対密度約70%)のものは、P-V値10000～12000 Kg/cm²・m/min、定常摩擦係数0.1以下で軸受温度が200℃前後で多少の焼付現象を示した。黒鉛含有量30%、焼結密度4.2 g/cc(相対密度62%)のものは、P-V値6000～8000 Kg/cm²・m/min定常摩擦係数0.1～0.2で軸受温度300℃でも焼付き現象はみられなかつた。しかし黒鉛含有量が50%を超すと組織の骨格自体が脆弱となり軸受内面の軸接触部の変形量が大きくなり軸と軸受間のスキマが増加し平滑な運動が乱れ出した。熱間加工法によるものは、冷間成形、焼結法によるもの比べ、相対密度も70%以上と高く、黒鉛含有量

- 12 -

特性を保証し得る点において非常に有利であると言ひ得る。

実施例 1

Cu濃度50 g/Lの硫酸銅溶液中に、60～350メッシュに粒度調整した天然産銅片状黒鉛粉を混合し、機械攪拌を行ないながら完全に分散状態を呈したことを確認後、約5～10mmφの花状面鉛を投入し、黒鉛粒子表面にCuが完全にメッキされた段階で(液中Cu濃度が痕跡)、これを回収し、水洗、脱水乾燥を行なつた。次いで、メッキ層表面の微量な酸化被膜を除去するため、 NH_3 分解ガス中650℃で精製還元し、Cu対黒鉛重量比が90～20対10～80のCu被膜黒鉛粉を得た。その見掛け密度、粒度分布を表2に示す。

- 14 -

表 2

黒鉛含有量 (%)	見掛け密度 (ρ/cc)	粒度分布 メッシュ数		
		60-100	100-250	250-350
10	0.40	40	45	15
20	0.39	38	44	18
30	0.37	41	47	12
40	0.34	37	46	17
60	0.32	40	48	12
80	0.29	39	42	19

以上の Cu 被膜黒鉛粉末に、200 メッシュ以下の Sn 粉を Cu 量比 10 多と、全量に対して 1 多のステアリン酸亜鉛とを、添加混合の上、冷間加圧焼結法による軸受を以下のようにして作成した。先づ、本文の表 1 に示した Cu 被膜黒鉛または電解 Cu 粉の配合で黒鉛含有量がそれぞれ 10 ~ 50wt% とした主材料に、Cu 量比 10 多あての 200 メッシュ以下の Sn 粉を加え、更に 1 多のステアリン酸亜鉛を添加した混合粉を、金型に充填し、 $10\text{mm}\phi \times 16\text{mm}\phi \times 10$ の相対密度約 70 多の軸受圧粉体をつつた。次に、 NH_3 分解ガス雰囲気中

- 15 -

特開昭55-134102(5)

750 ~ 790 °C で 1 時間焼結した。この温度の設定は Cu-Sn 合金化に伴う膨張温度域の 790 ~

810 °C をさけることによつて、圧粉体の脆化を極力阻止せんとする配慮を行なつたことによる。

焼結成形体は焼結による Cu-Sn 合金の骨格を破かいしない様に、圧粉加圧時の加圧力以下の加圧力で再圧縮し、併せて軸受内面精度を 5 μ (JIS B0601 に従う表面仕上げ) としたサイジングを行つた。

乾式軸受性能を確認するため、軸材として S45C 鋼 (機械構造用炭素鋼) を使用し、軸径 10mm ϕ 、周速 56 m/min とし、5 分毎に 5 Kg の荷重を付加した場合の P-V 値、摩擦係数、軸受温度、の関係を調べた。その結果を表 3 に示す。

- 16 -

表 3

黒鉛含有量 (%)	成形体密度 (ρ/cc)	摩擦係数	P-V 値 kg/cm ² /min	焼付温度 (°C)
10	5.7	0.05-0.1	10000 ~ 12000	200
20	5.2	0.1 ~ 0.2	7000 ~ 9000	200 焼きつかず
30	4.8	0.1 ~ 0.2	4000 ~ 8000	200 焼きつかず
40	4.4	0.1 ~ 0.2	4000 ~ 5000	200 焼きつかず
50	4.0	0.1 ~ 0.2	3000 ~ 4000	200 焼きつかず
55	3.8	0.1 ~ 0.2	2000 以下	200 焼きつかず
Cu 系焼結軸受 (1 種)	6.5	0.05 ~ 0.1	4000 ~ 5000	160

- 17 -

以上の試験結果から明らかな如く、黒鉛含有量が 50 多を超えると軸受の機械的強度が劣化し耐負荷性も極端に低下するが、黒鉛含有量が 10 ~ 50 多の範囲では従来の Cu 系焼結軸受 (1 種) に比べ耐負荷性耐熱性並びに高温潤滑活性において優れている。

実施例 2

実施例 1 に使用したのと同じ Cu 被膜黒鉛粉に Cu 量比 10 多の Sn 粉を添加した混合粉を、黒鉛材の金型に充填し、 H_2 ガス雰囲気中 800 ~ 850 °C で 1 時間 200 Kg/cm² の加圧力を負荷しつつ、

$10\text{mm}\phi \times 16\text{mm}\phi \times 10$ の軸受成形体を作成した。

該温度の設定は Cu-Sn 合金化に伴う膨張現象を加圧面で利用するものであるが、何れの場合も冷間成形、焼結の場合の約 1/10 ~ 1/20 程度の低加圧力で相対密度 70 多以上の強固で緻密な成形体が得られた。簡単な穴通しにより軸受内面精度を 3 μ とし実施例 1 と同様の軸受試験を行つた。その結果、何れの場合も冷間成形、焼結法による軸受に比べ P-V 値で約 1.2 倍程度の耐負荷性を示

- 18 -

し、300℃前後でも焼付けは全くなかった。

焼付きは起らなかった。

実施例 5

200メッシュ以下の電解Cu粉と2ミクロン以下の MoS_2 粉を等量づつ混合し、 H_2 ガス雰囲気中700℃で焼結した上で、200メッシュ以下に粉砕したCu- MoS_2 粉を先づ作つた。次いで実施例1に使用した黒鉛含有量20%のCu被膜黒鉛粉にCu量比10%の200メッシュ以下のSn粉を加えた後、先に作つたCu- MoS_2 粉を MoS_2 含有量に対して10%になる様に混合し、この混合粉を冷間加圧した。この混合粉の $10\text{mm}\phi \times 16\text{mm}\phi \times 10\text{mm}$ の軸受圧粉体は、 7t/cm^2 で成形密度5.1 g/cc 相対密度70%の完全な成形体となし得た。

この成形体を H_2 ガス雰囲気中790℃で焼結した。得られた焼結体はCu-Sn合金骨格中に黒鉛、 MoS_2 の均一に分散した組織であつた。実施例1と同様の軸受試験結果では、P-V値13000 $\text{Kg/cm}^2 \cdot \text{m/min}$ 程度で MoS_2 を添加しないものと比べて全体的に摩耗量も少くまた振動音も低い。なお定常摩擦係数は0.05~0.15で軸受温度が300℃でも

出願人 同和鉱業株式会社

代理人 和田 憲 治